

**Process for preparing a colorant**

Patent Number: DE3619078  
Publication date: 1986-12-11  
Inventor(s): KURAMOTO SHINICHI (JP); TSUBUKO KAZUO (JP); NAGAI KAYOKO (JP)  
Applicant(s): RICOH KK (JP)  
Requested Patent: ☐ DE3619078  
Application Number: DE19863619078 19860606  
Priority Number(s): JP19850123751 19850607  
IPC Classification: C09B67/08; C09B67/20; C09C3/10; C09D17/00; G03G9/12  
EC Classification: C09B67/00B4, C09D17/00, G03G9/13B, G03G9/135, G03G9/135B  
Equivalents: JP2007215C, ☐ JP61281160, JP7045633B

---

**Abstract**

---

A colorant is prepared by the flash process, using at least (a) one pigment, (b) one ethylene-vinyl acetate copolymer and, if desired, (c) humic acid, humates and/or humic acid derivatives.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

**BEST AVAILABLE COPY**

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑪ **DE 3619078 A1**

⑤1 Int. Cl. 4:  
**C09B 67/08**  
C 09 B 67/20  
C 09 C 3/10  
C 09 D 17/00

⑳ Aktenzeichen: P 36 19 078.0  
㉔ Anmeldetag: 6. 6. 86  
㉕ Offenlegungstag: 11. 12. 86

*Offenlegungsschrift*

DE 3619078 A1

⑤1 // G03G 9/12

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1  
07.06.85 JP 123751/85

㉗ Anmelder:  
Ricoh Co., Ltd., Tokio/Tokyo, JP

㉘ Vertreter:  
Dannenberg, G., Dipl.-Ing., 6000 Frankfurt;  
Weinhold, P., Dipl.-Chem. Dr., 8000 München; Gudel,  
D., Dr.phil.; Schubert, S., Dipl.-Ing., 6000 Frankfurt;  
Barz, P., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 8000  
München

㉚ Erfinder:  
Tsubuko, Kazuo; Kuramoto, Shinichi; Nagai,  
Kayoko, Numazu, Shizuoka, JP

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Verfahren zur Herstellung eines Färbemittels

Ein Färbemittel wird nach dem Flash-Verfahren unter Verwendung von zumindest (a) einem Pigment, (b) einem Ethylen-Vinylacetat-Copolymer und gegebenenfalls (c) Huminsäure, Humaten und/oder Huminsäurederivaten hergestellt.

DE 3619078 A1

1

5

10

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Herstellung eines Färbemittels nach dem  
Flash-Verfahren, d a d u r c h g e k e n n -  
z e i c h n e t, daß man zumindest (a) ein Pigment,  
(b) ein Ethylen-Vinylacetat-Copolymer und gegebenen-  
falls (c) Huminsäure, Humate und/oder Huminsäure-  
derivate verwendet.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß  
das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer in einer Menge von  
0,01 bis 3,0 Gewichtsteilen pro 1 Gewichtsteil Pigment  
verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß  
das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer in einer Menge von  
0,1 bis 2,0 Gewichtsteilen pro 1 Gewichtsteil Pigment  
verwendet wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch ge-  
kennzeichnet, daß das Pigment ausgewählt ist unter  
Ruß und organischen Pigmenten.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch  
gekennzeichnet, daß das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer

- 1       einen Erweichungspunkt von 40 bis 180°C und einen Vinyl-  
acetat-Gehalt von 1,0 bis 50 Gewichtsprozent hat.
6.    Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß  
5       das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer einen Erweichungs-  
punkt von 60 bis 120°C und einen Vinylacetat-Gehalt von  
10 bis 40 Gewichtsprozent hat.
7.    Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch ge-  
10       kennzeichnet, daß das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer ab-  
gemischt ist mit Naturharz-modifiziertem Phenolharz,  
Naturharz-modifiziertem Maleinsäureharz, Dammar-Harz,  
Copal, Schellack, Kollophoniumgummi, gehärtetem Kollo-  
phonium, Estergummi, Glycerinester-modifiziertem Malein-  
15       säureharz, Styrol-Butadien-Copolymer, Polyolefin,  
Olefin-Copolymer und/oder Wachs, wobei das Ethylen-  
Vinylacetat-Copolymer in einer Menge von nicht weniger  
als 50 Gewichtsprozent des Gesamtgemisches vorhanden  
ist.

20

25

30

35

1

5

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines  
Färbemittels, das in elektrophotographischen Flüssigent-  
wicklern, Anstrichfarben, Druckfarben oder dergl. verwendet  
10 werden kann.

V/ Elektrophotographische Flüssigentwickler werden gewöhnlich  
dadurch hergestellt, daß man einen Toner in einer stark iso-  
lierenden Trägerflüssigkeit mit niedriger Dielektrizitäts-  
15 konstante gleichmäßig dispergiert, wobei der Toner ein Fär-  
bemittel enthält, das hergestellt worden ist durch Pulverisi-  
eren eines gekneteten Gemisches aus einem Harz mit einem  
organischen oder anorganischen Pigment, wie Ruß oder  
Phthalocyaninblau. Herkömmliche Färbemittel lassen sich je-  
20 doch nur schwer in einem Träger zu Primärteilchen dispergie-  
ren, selbst wenn man z.B. eine Kugelmühle, einen Attritor  
oder einen Dreiwalzenstuhl verwendet, da das organische oder  
anorganische Pigment eine starke sekundäre Kohäsion entfaltet.

25

Es ist bereits ein Flash-Verfahren zur Herstellung eines  
Färbemittels bekannt, bei dem man Ruß oder andere Pigmente  
in Wasser dispergiert, die erhaltene Dispersion mit einer  
Harzlösung knetet, um das den Ruß umgebende Wasser durch  
30 Lösungsmittel zu ersetzen, und schließlich das Wasser und  
das Lösungsmittel abzieht. Mit diesem Flash-Verfahren läßt  
sich jedoch der Ruß nur schwer in Form von kleinen Teilchen,  
d.h. Primärteilchen, dispergieren, da er nicht hydrophil ist.

35 Elektrophotographische Flüssigentwickler mit einem Toner,  
der ein Färbemittel enthält, welcher nach dem herkömmlichen

1 Flash-Verfahren erhalten worden ist, ergeben kein zufrieden-  
stellendes Bild hinsichtlich Fixierbarkeit und Gradation  
bei hoher Dichte, da der Toner nicht ausreichend in der Trä-  
gerflüssigkeit dispergiert ist.

5

Es sind bereits verschiedene Methoden zur Verbesserung des  
genannten Flash-Verfahrens vorgeschlagen worden, z.B.

(a) der Zusatz eines anionischen, nicht-ionischen oder katio-  
nischen Tensids, eines hochmolekularen synthetischen Poly-  
10 mers als Dispergiermittel oder dergl. beim Dispergieren des  
Färbemittels, z.B. Ruß, in Wasser und (b) das Dispergieren  
des Färbemittels, z.B. Ruß, unter Verwendung von Huminsäure,  
Humaten oder Huminsäurederivaten und das Beschichten der  
Pigmentteilchen durch Kneten mit niedermolekularem Polyäthy-  
15 len, Naturharz-modifizierten Harzen, Dammar-Harz, Copal,  
Schellack, Kollophoniumgummi, Styrol-Butadien-Copolymeren,  
Polyolefinen oder dergl. (siehe JP-A-59-102253).

Bei dem nach der Methode (a) hergestellten Färbemittel ist  
20 jedoch die Dispergierbarkeit in der Trägerflüssigkeit immer  
noch unbefriedigend. Das nach der Methode (b) hergestellte  
Färbemittel läßt sich nicht immer ausreichend mit anderen  
Harzen vermischen und seine Hafteigenschaften sind dement-  
sprechend schlecht.

25

A Ziel der Erfindung ist es daher, ein Färbemittel bereitzu-  
stellen, das sich für elektrophotographische Toner, An-  
strichmittel, Druckfarben und dergl. eignet und dabei zu-  
friedenstellende Haft- und Fixiereigenschaften z.B. auf  
30 Papier, Holz und Metall aufweist.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung  
eines Färbemittels nach dem Flash-Verfahren, bei dem zu-  
mindest (a) ein Pigment, (b) ein Ethylen-Vinylacetat-Copo-  
35 lymer und gegebenenfalls in (c) Huminsäure, Humate und/oder  
Huminsäurederivate verwendet werden.

- 1 Es wurde gefunden, daß eine Pigmentdispersion aus  
(a) Pigment, (b) Ethylen-Vinylacetat-Copolymer und gegebenen-  
falls (c) Huminsäure, Humaten und/oder Huminsäurederivaten  
gute Verträglichkeit mit anderen Harzen und eine hohe  
5 Schmelzviskosität beim Kneten in der Wärme aufweist. Das  
Pigment selbst und das erhaltene Färbemittel besitzen ausge-  
zeichnete Dispergierbarkeit und die hergestellten Disper-  
sionen lassen sich leicht und zufriedenstellend mit anderen  
Harzen vermischen.
- 10 Als Pigmente können erfindungsgemäß z.B. Ruß und organische  
oder anorganische Pigmente verwendet werden. Im folgenden  
sind spezielle Beispiele genannt:
- 15 Ruße: Furnace-Ruß, Acetylenruß und Channelblack. Handels-  
produkte dieser Art sind Printex G, Special Black 15, Special  
Black 4, Special Black 4-B (Degussa), Mitsubishi Nr. 44,  
Nr. 30, MA-11, MA-100 (Mitsubishi Carbon Co.), Laven 30,  
Laven 40, Conductex SC (Columbia Carbon Co.) und Regal 400,  
20 660, 800, Black Pearl L (Cabot Co.).

Anorganische Pigmente: Zinkoxid, Titanoxid und Siliciumoxid.

- Organische Pigmente: Phthalocyaninblau, Phthalocyaningrün,  
25 Himmelblau, Rhodamin, Malachitgrün, Methylviolett, Pfauen-  
blau, Naphtholgrün B, Naphtholgrün Y, Naphtholgelb S,  
Lithol-Echtgelb 2G, Permanentrot 4 R, Brilliant-Echt-  
scharlach, Hansagelb, Benzidingelb, Litholrot, Lake Red C,  
Lake Red D, Brilliantkarmin 6B, Permanentrot F5R, Pigment-  
30 scharlach 3B und Bordeaux 10B.

Diese Pigmente können einzeln oder als Gemische angewandt  
werden.

- 35 Das zum Beschichten des Pigments verwendete Harz sollte  
vorzugsweise in nicht-wäßrigen Lösungsmitteln bzw. Träger-

- 1 flüssigkeiten für elektrophotographische Entwickler unlös-  
lich oder schwer löslich sein. Erfindungsgemäß wird für die-  
sen Zweck ein Ethylen-Vinylacetat-Copolymer angewandt, das  
vorzugsweise einen Vinylacetat-Gehalt von 1,0 bis 50, insbe-  
5 sondere 10 bis 40 Gewichtsprozent und einen Erweichungs-  
punkt von 40 bis 180°C, insbesondere 60 bis 120°C, aufweist.

Bei geringeren Vinylacetat-Gehalten verschlechtert sich die  
Fixierbarkeit und auch die Bilddichte wird beeinträchtigt.

- 10 Andererseits wird bei höheren Vinylacetat-Gehalten die La-  
gerstabilität verschlechtert. Auch bei niedrigeren Erwei-  
chungspunkten des Ethylen-Vinylacetat-Copolymers wird die  
Haltbarkeit beeinträchtigt, während bei höheren Erweichungs-  
punkten die Fixierbarkeit verschlechtert wird.

- 15 Beispiele für geeignete Ethylen-Vinylacetat-Copolymere sind  
die folgenden Handelsprodukte:

(i) Hersteller: Mitsui-Du Pont Polychemical Co., Ltd.

20	<u>Produkt-Bezeichnung</u>	<u>Vinylacetat-Gehalt</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	Everflex 45	46 Gew.-%	94°C
	Everflex 40	41	98
	Everflex 150	33	120
	Everflex 210	28	85
25	Everflex 220	28	90
	Everflex 250	28	135
	Everflex 260	28	155
	Everflex 310	25	90
	Everflex 360	25	185
30	Everflex 410	19	90
	Everflex 420	19	100
	Everflex 450	19	135
	Everflex 560	14	170
	Everflex P-1403	14	70
35	Everflex P-1207	12	70
	Everflex P-0607	6	72



- 1 (ii) Hersteller: Toyo Soda Manufacturing Co., Ltd.

	<u>Produkt-Bezeichnung</u>	<u>Vinylacetat-Gehalt</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	Ultrathene UE631	20 Gew.-%	92°C
	Ultrathene UE634	26	81
5	Ultrathene UE630	15	97

- (iii) Hersteller: Allied Chemical Corp.

	<u>Produkt-Bezeichnung</u>	<u>Vinylacetat-Gehalt</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	400&400A	14 Gew.-%	95°C
10	402&402A	2	102
	403&403A	2	106
	405	11	96
	430	26	60

- 15 (iv) Hersteller: Hoechst AG

	<u>Produkt-Bezeichnung</u>	<u>Vinylacetat-Gehalt</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	TMREV720	25 Gew.-%	102°C

- (v) Hersteller: BASF AG

	<u>Produkt-Bezeichnung</u>	<u>Vinylacetat-Gehalt</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
20	SC9626	6 - 9 Gew.-%	88 - 91°C.

Das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer wird in einer Menge von 0,01 bis 3,0, vorzugsweise 0,1 bis 2,0 Gewichtsteilen pro 1 Gewichtsteil Pigment angewandt. Bei geringeren Gehalten wird die Fixierbarkeit schlechter und das Bild kann mit einem Radiergummi entfernt werden. Andererseits haften bei höheren Gehalten die Pigmente aneinander und die Lagerstabilität ist dementsprechend schlechter.

30

Das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer kann in Mischung mit mindestens einem der folgenden Harze angewandt werden:  
 Naturharz-modifizierte Phenolharze, Naturharz-modifizierte Maleinsäureharze, Dammar-Harz, Copal, Schellack, Kollophonium-Gummi, gehärtetes Kollophonium, Estergummi Glycerin-ester-modifizierte Maleinsäureharze, Styrol-Butadien-Copoly-

1 mere, Polyolefine, Olefin-Copolymere und Wachse. In jedem Fall muß das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer jedoch in einer Menge von mindestens 50 Gewichtsprozent der Gesamtmischung angewandt werden.

5

Wachse und die anderen Harze dienen zur Regelung des Erweichungspunktes und der Teilchengröße des Färbemittels.

Zum Abmischen mit dem Ethylen-Vinylacetat-Copolymer eignen  
10 sich z.B. die folgenden handelsüblichen Harze und Wachse:

(i) Polyethylene:

	<u>Hersteller</u>	<u>Produkt- Bezeichnung</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
15	Union Carbide Corp.	DYNI	102°C
		DYNF	102
		DYNH	102
		DYNJ	102
		DYNK	102
20	Monsanto Co.	ORLIZON 805	116°C
		ORLIZON 705	116
		ORLIZON 50	126
25	Phillips Co.	MARLEX 1005	92°C
	Du Pont Co.	ALATHON-3	103°C
		ALATHON-10	96
		ALATHON-12	84
30		ALATHON-14	80
		ALATHON-16	95
		ALATHON-20	86
		ALATHON-22	84
35		ALATHON-25	96

5	Allied Chemical Corp.	AC Polyethylen	1702	85°C
		AC Polyethylen	617,617A	102
		AC Polyethylen	9,9A	117
		AC Polyethylen	430	60
		AC Polyethylen	405	96
		AC Polyethylen	401	102
		AC Polyethylen	540	108
		AC Polyethylen	580	108
10	Eastman Kodak Co.	Epolene N-14		105°C
		Epolene E-15		96
15	Sanyo Chemical Industries Ltd.	Sun Wax 131-P		108°C
		Sun Wax 151-P		107
		Sun Wax 161-P		111
		Sun Wax 165-P		107
		Sun Wax 171-P		105
		Sun Wax E-200		95
20	Hoechst	Sun Wax E-300		98
		PED 521		104°C
		PED 543		110
		PED 153		99
25	(ii) Polypropylene:			
	<u>Hersteller</u>	<u>Produkt- Bezeichnung</u>	<u>Erweichungspunkt</u>	
	Sanyo Chemical	Viscol 330-P	152°C	
	Industries Ltd.	Viscol 550-P	150	
30		Viscol 660-P	145	
		Viscol TS-200	145	

1 (iii) Acrylharze:

	<u>Hersteller</u>	<u>Produkt- Bezeichnung</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	Mitsubishi	BR-50	100°C
5	Rayon Co.	BR-80	105
		BR-90	65
		BR-95	80
		BR-101	50
		BR-102	20
10		BR-107	50

(iv) Phenolharze:

	<u>Hersteller</u>	<u>Produkt- Bezeichnung</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
15	Nihon Gas	Nicanol HP-70	70 - 90°C
	Kagaku Co., Ltd.	Nicanol HP-100	105 - 125
		Nicanol HP-120	125 - 145
		Nicanol A-70	70 - 90
		Nicanol A-100	110 - 130
20		Nicanol A-120	120 - 140

(v) Wachse:

	<u>Hersteller</u>	<u>Produkt- Bezeichnung</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	Quaker State Oil	QS-Wax	65°C
25	Junsei Yakuhin Ltd.	Paraffinwachs	60 - 90°C

30 Im erfindungsgemäßen Verfahren wird ein Färbemittel durch Beschichten eines Pigments mit einem speziellen Harz, nämlich einem Äthylen-Vinylacetat-Copolymer, im Flash-Verfahren hergestellt. In einer speziellen Ausführungsform erfolgt das Dispergieren der Pigmente in Gegenwart von Huminsäure, Humaten und/oder Huminsäurederivaten.

35 Huminsäure ist eine Alkali-lösliche amorphe hochmolekulare organische Säure, die in relativ jungen Kohlen von geringem Verkohlungsgrad, z.B. Torf oder Lignit, enthalten ist. Humin-

- 1 säure wird eingeteilt in Naturprodukte und künstliche Pro-  
dukte, z.B. Nitrohuminsäure. Erfindungsgemäß können beliebige  
Arten von Huminsäure angewandt werden. Industrielle Pro-  
dukte von Huminsäure werden ferner unterteilt in den CH-Typ,  
5 CHA-Typ und CHN-Typ, je nach der Molekulargewichtsverteilung,  
bzw. in saure und basische Typen, z.B. den Na- oder  $\text{NH}_4$ -Typ.

Huminsäure, Humate und Huminsäurederivate (im folgenden:  
Huminsäureverbindungen") werden gut auf Pigmenten absorbiert  
10 und bewirken eine beschleunigte Dispersion der Pigmente zu  
Primärteilchen sowie eine verbesserte Dispersionsstabilität  
(Langzeithaltbarkeit).

Das erfindungsgemäße Färbemittel wird unter Verwendung der  
15 genannten Materialien auf die folgende Weise hergestellt.

Eine pigmenthaltige Flüssigkeit, die in einem Knetter gründ-  
lich mit Huminsäureverbindungen vermischt worden ist, oder  
eine pigmenthaltige Flüssigkeit, die nicht mit Huminsäure-  
20 verbindungen vermischt worden ist, wird in einem als "Flasher"  
bezeichneten Knetter gründlich mit einer Harzlösung vermischt,  
wobei das die Pigmente umgebende Wasser durch die Harzlösung  
verdrängt wird. Das Wasser wird dann aus dem Knetter abgezo-  
gen und die Pigmentdispersion in der Harzlösung wird durch  
25 Abziehen des Lösungsmittels getrocknet, wobei ein Pigment-  
klumpen zurückbleibt, der zu einem Färbemittelpulver pulve-  
risiert wird.

Die Huminsäureverbindung wird in einer Menge von 1 bis 100,  
30 vorzugsweise 1 bis 60 Gewichtsprozent, bezogen auf das Ge-  
wicht des Pigments, zugesetzt. Bei Verwendung von weniger  
als 1 Gewichtsprozent wird die Dispergierbarkeit der Pigmen-  
te verschlechtert, während mit mehr als 100 Gewichtsprozent  
die Farbe des Färbemittels durch die Eigenfarbe der Humin-  
35 säureverbindung beeinflusst wird.

- 1 Das erhaltene, im Zustand von Primärteilchen mit Harz beschichtete Färbemittel eignet sich z.B. für Druckfarben, Anstrichmittel und elektrophotographische Toner. Zur Herstellung von Tonern wird das Färbemittel zusammen mit einem
- 5 Bindemittelharz in einer Trägerflüssigkeit dispergiert. Die verwendete Trägerflüssigkeit ist stark isolierend mit einem elektrischen Widerstand von nicht weniger als  $10^{10}$  Ohm-cm und besitzt eine niedrige Dielektrizitätskonstante von nicht mehr als 3. Beispiele für geeignete Trägerflüssigkeiten
- 10 sind aliphatische Kohlenwasserstoffe vom Petroleumtyp, wie n-Hexan, Ligroin, n-Heptan, n-Pentan, Isododecan und Isooctan, sowie deren Halogenderivate, z.B. Kohlenstoff-tetrachlorid und Perchlorethylen. Aliphatische Kohlenwasserstoffe vom Petroleum-Typ sind z.B. die Handelsprodukte
- 15 Isopar E, G, L, H und K, Naphtha Nr. 6 und Solvetho 100 (Exxon Corp.). Diese Trägerflüssigkeiten können einzeln oder in Kombination angewandt werden.

#### B e i s p i e l 1

B  
20

Die im folgenden genannten Materialien werden in einem Flasher gründlich vermischt und mit 600 g Ethylen-Vinylacetat-Copolymer (Everflex 310) versetzt und geknetet.

25

Wasser	500 g
Printex	30 g
Alkaliblau	20 g
Huminsäure	10 g

30

Die erhaltene Mischung wird erhitzt und Wasser und das Lösungsmittel werden unter vermindertem Druck abgezogen, wobei ein Färbemittelklumpen mit einem Wassergehalt von 0,50 % zurückbleibt. Dieser wird in einer Steinmühle zu einem Pulver von 1 bis 5  $\mu$ m pulverisiert.

35

1

B e i s p i e l e 2 bis 10

Gemäß Beispiel 1 werden neun Arten von pulverförmigen Färbemitteln hergestellt, wobei man jedoch die in der folgenden  
5 Tabelle I genannten Ausgangsmaterialien verwendet.

10

15

20

25

30

35

Tabelle I

Beispiel	Ruß	Organisches Pigment	Huminsäure-Verbindung	Harz
2	Special Black 30g	Phthalocyanin grün 30g X	Nitrohuminsäure 10g	Everflex 210 300g BR-102 50g
3	Laven 30g	Permanent rot 20g ✓	Calciumnitrohumat 10g	Ultrathene 630 100g Epolene E-15 300g
4	MA-100 50g	Pfauenblau 50g	Na-humat 20g	Allied Chemical 405 60g Sun Wax 171P 250g
5	Conductex SC 50g	Brilliant carmin 6B 50g X	NH <sub>4</sub> -humat 15g	Ultrathene 631 380g
6	_____	Phthalocyanin blau 30g X	_____	Everflex 410 100g Epolene E-15 200g
7	_____	Alkali blau 20g ✓	NH <sub>4</sub> -humat 30g	SC-9626 600g
8	Mitsubishi #44 50g	_____	Calciumnitrohumat 25g	Ultrathene 631 100g
9	Mitsubishi #44 50g	_____	NH <sub>4</sub> -humat 30g	Sun Wax 250P 250g Everflex 220 80g
10	Mitsubishi #44 50g	_____	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> -humat 30g	SC-9626 50g

✓ synthetisch

Soort



1

B e i s p i e l e 11 und 12

Pulverförmige Färbemittel werden wie in den Beispielen 5 und 6 hergestellt, jedoch verwendet man Phthalocyaninblau 5 bzw. Alkaliblau als Additive.

Unter Verwendung der erhaltenen pulverförmigen Färbemittel werden auf die nachstehend beschriebene Weise elektrophotographische Entwickler hergestellt. Diese zeichnen sich aus 10 durch zufriedenstellende Fixierbarkeit und Bilddichte.

Vergleichsbeispiele 1 bis 10

10 Arten von pulverförmigen Vergleichs-Färbemitteln werden 15 wie in den Beispielen 1 bis 10 hergestellt, jedoch verwendet man kein Ethylen-Vinylacetat-Copolymer, sondern ersetzt es durch die in Tabelle II genannten Harze.

20

25

30

35

ORIGINAL INSPECTED

5	Vergleichs- beispiel 1	Kollophonium-modifiziertes Malein- säure-Harz (Beckasite F25 von der Dainippon Ink and Chemicals Inc.)	600g
	2	Dianal BR-102 (MMA, von der Mitsubishi Rayon Co.)	350g
10	3	Epolene E-15 (PE, von der Eastman Kodak Co.)	400g
15	4	Sun Wax 171P (PE, von der Sanyo Chemical Industries Ltd.)	310g
	5	Nicanol HP-100 (Phenolharz von der Nihon Gas Co., Ltd.)	380g
20	6	AC Polyethylene 405 (PE, von der Allied Chemical Corp.)	500g
25	7	PED-521 (PE, von der Hoechst AG.)	600g
	8	Viscol 330P (PP, von der Sanyo Chemical Industries Ltd.)	100g
30	9	Sun Wax 250P (PE, von der Sanyo Chemical Industries Ltd.)	330g
35	10	Viscol 660P (PP, von der Sanyo Chemical Industries Ltd.)	50g

- 1 Jeweils 20 g der in den Beispielen 1 bis 10 und den Ver-  
gleichsbeispielen 1 bis 10 erhaltenen pulverförmigen Färbe-  
mittel werden zusammen mit 50 g Poly(laurylmethacrylat-acryl-  
säure) (90:10) in 100 g Isopar G eingebracht und 72 Stunden  
5 in einer Kugelmühle geknetet. 50 g des erhaltenen Gemisches  
werden in 2 Liter Isopar H zu einem Entwickler dispergiert.

Unter Verwendung der erhaltenen Entwickler wird ein Kopier-  
test mit einer handelsüblichen Kopiermaschine (Ricopy-DT-1200  
10 von der Ricoh Co., Ltd) durchgeführt. Hierbei werden die  
in Tabelle III genannten Ergebnisse erhalten.

15

20

25

30

35

Tabelle III

5		Fixierbarkeit (%)	Bilddichte
	Beispiel 1	83.1	1.42
	2	84.0	1.42
10	3	84.5	1.44
	4	80.3	1.42
	5	84.0	1.40
	6	83.1	1.45
15	7	80.0	1.40
	8	82.4	1.44
	9	83.3	1.45
	10	79.6	1.45
20	Vergleichs- beispiel 1	72.2	1.32
	2	76.3	1.32
	3	72.8	1.36
25	4	78.8	1.32
	5	75.5	1.38
	6	76.4	1.35
	7	70.0	1.36
30	8	80.4	1.27
	9	79.3	1.29
	10	70.5	1.36

- <sup>1</sup> Die Ergebnisse zeigen, daß die erfindungsgemäß hergestellten Färbemittel eine ausgezeichnete Fixierbarkeit und Bild-dichte ergeben. Bei Verwendung von Ruß als Pigment ist die Intensität der schwarzen Farbe ausreichend erhöht, was darauf
- <sup>5</sup> hinweist, daß der Ruß in dem erfindungsgemäßen Färbemittel zufriedenstellend dispergiert ist.

10

15

20

25

30

35

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**